

JP 401096086 A
APR 1989

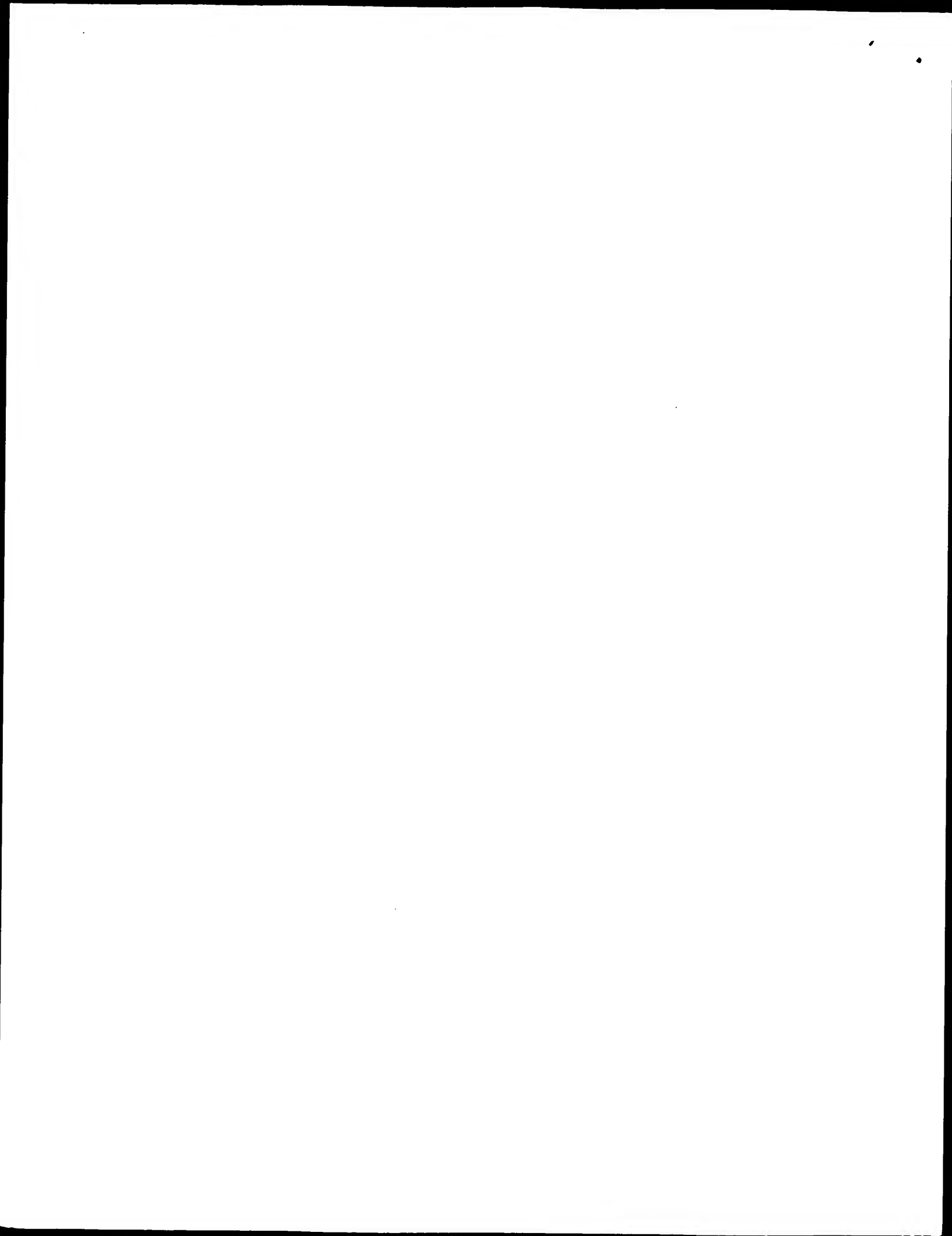
89-155015/21 J04 L03 SUNE 07.10.87
SUMITOMO ELEC IND KK *J0 1096-086-A
07.10.87-JP-251574 (14.04.89) C30b-15 C30b-29/48
Appts. to pull-up crystal from melt in crucible - includes inner and
outer bells coupled with top edge of crucible
C89-068624

Appts. comprises inner and outer bells coupled with the top opening
edge of the crucible so that the outer bell lower end is immersed in
liq. sealant put in an annular groove of the crucible.
USE - For making Cd cpd. crystals. (4pp Dwg.No.0/1)

J(4-A4) L(4-B1)

© 1989 DERWENT PUBLICATIONS LTD.
128, Theobalds Road, London WC1X 8RP, England
US Office: Derwent Inc., 1313 Dolley Madison Boulevard,
Suite 303, McLean, VA22101, USA
Unauthorised copying of this abstract not permitted.

117/15



⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)4月14日

C 30 B 15/00
// C 30 B 29/48Z-8518-4G
8518-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 化合物結晶の引上装置

⑯ 特 願 昭62-251574

⑰ 出 願 昭62(1987)10月7日

⑱ 発 明 者 小 谷 敏 弘 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

⑲ 発 明 者 龍 見 雅 美 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外3名

明 細 書

1. 発明の名称

化合物結晶の引上装置

2. 特許請求の範囲

- (1) 高压容器内に原料融液を収容するるつぼとベルとを組合せた成長チャンバを置き、ベル頂部のシール部を貫通して設けた引上軸により化合物結晶を引上げるホットウオール法に適した引上装置において、るつぼの周囲に液体シール剤を収容する環状溝を付設し、ベルを内側ベルと外側ベルで構成し、2つのベルの間にはほぼ一定の間隙を設け、2つのベルは上方に引上軸を貫通する頸部を設け、外側ベルの下端はるつぼ周囲の環状溝中の液体シール剤に浸漬する位置に置き、外側ベル上方の頸部には液体シール剤を収容する環状溝を付設し、内側ベルの下端はるつぼの外周とすり合わせにより気密を保持させ、2つのベルの頸部上方に引上軸を貫通させ、その周囲に液体シール剤を収容する受皿を設け、この受

皿には外側ベル頸部の環状溝内の液体シール剤に下端を浸漬する環状脚部を付設することにより成長チャンバの気密を保持するようにしたことを特徴とする化合物結晶の引上装置。

- (2) 内側ベルの上端を外側ベルの上端より長く伸ばし、引上軸シール部の受皿の底と接触させることにより、成長チャンバ内へのシール剤の混入を防ぐことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の引上装置。
- (3) 引上軸の引上げを可能とし、液体シール剤の流下を防ぐような間隙を引上軸との間に設けた円筒を、受皿の引上軸貫通口の下に取り付けたことを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項記載の引上装置。
- (4) るつぼ中程外周に環状凸部を形成し、外側ベル内壁とすり合わせにより気密を保持することを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項又は第3項記載の引上装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

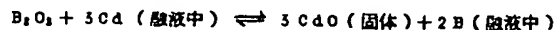
本発明は、ホットウォール法により化合物結晶、例えば CdTe 、 $\text{Cd}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Te}$ 、 $\text{Cd}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Te}$ 、 $\text{CdSe}_x\text{Te}_{1-x}$ 等のカドミウム化合物結晶を引上げる装置に関する。

〔従来の技術〕

従来のホットウォール法による化合物結晶の引上装置には、ベルとるつぼを一体化した成長チャンバ内で原料融液から結晶を引上げるもの（特開昭54-123585号公報）、上下に分離可能とした成長チャンバ内のるつぼから同様に結晶を引上げるもの（特開昭60-255692号公報）などがあり、引上軸が成長チャンバを貫通する部分や上下成長チャンバの接続部にシール部を有している。これらのシール部には B_2O_3 等の液体シール剤が用いられるが、引上軸に沿って流下したり、蒸気となつて拡散して原料融液中にシール剤が混入して、引上結晶の不純物となる。

特に、カドミウム化合物を上記のような装置で引上げるときに、シール剤である B_2O_3 が原

料融液に混入すると次式の反応により B が融液中に取込まれ、カドミウム化合物結晶の不純物となつて、結晶の特性を阻害する。



〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明は、上記の問題点を解消し、シール剤が原料融液中に混入することを防止する手段を付設して高純度の化合物結晶をホットウォール法で容易に製造可能とした引上装置を提供しようとするものである。

〔問題点を解決するための手段〕

第1図は本発明の一具体例であつて、高压容器1内に、原料融液2を収容するるつぼとベルとを組合せた成長チャンバ3を置く。るつぼは石英るつぼ4をカーボンるつぼ5内に収納して形成することができる。ベルは2重構造となし、ほぼ一定の間隙を設けてるつぼに固定することが好ましい。カーボンるつぼ5の周囲には液体シール剤6を収容する環状溝7をるつぼ5と一体的に、または、はめ込み式で付設することが

できる。外側ベル8の下端は上記環状溝7の液体シール剤6中に浸漬して気密を保持する。また、カーボンるつぼ5の中程外周に環状凸部9を設けて外側ベル8の内壁とすり合わせにより一体化し、ベルをるつぼとともにるつぼ軸10によつて回転可能に支持することができる。このすり合わせにより、上記環状溝7から蒸発する液体シール剤が成長チャンバ3内に流入することを防いでいる。内側ベル11の下端はカーボンるつぼ5の上部外周12とすり合わせを形成し、気密を保持している。外側ベル8上方の頸部外周に液体シール剤13を収容する環状溝15を設け、一方、内外のベル8、11の頸部上方に引上軸16を貫通して液体シール剤17を収容する受皿18をベルから分離して設け、上記外側ベル8の環状溝15中の液体シール剤13中に下端を浸漬する環状脚部19を受皿18の下に付設することによりシール部を構成する。引上軸16を貫通する受皿18の開口の下には、引上軸16の引上げを可能とし、受皿

18から液体シール剤17が流下することを防止する間隙を引上軸との間に設けた円筒20を取り付けることが好ましい。また、内側ベル11の上端は外側ベル8の上端より上方に伸びており、受皿18の底と接するようになつている。さらに、るつぼ周囲にはメインヒータ21が、また、引上軸16のシール部周囲には補助ヒータ22が配置されており、結晶成長の状況を監視するためのビューロッド23が高压チャンバ1を貫通して付設されている。

なお、るつぼ材料としては、 AlN 、 Si_3N_4 、 SiC 、ガラス状カーボン、 PBN 等のガス不透過性耐熱材も使用でき、これらの材料で一体成形するか、表面にこれらの材料をコーティングして用いることもできる。

〔作用〕

従来のホットウォール法による引上装置では、(1)引上軸のシール部からの液体シール剤の流下、及び(2)上下成長チャンバの接続部やベルとるつぼの接続部からのシール剤蒸気の混入が問題と

なつていた。

(1)については、液体シール剤を収容する受皿の開口部と引上軸との間隙を次の理由で十分に狭くすることができなかつた。即ち、引上軸と開口部の中心を完全に一致させることができないので、中心のずれを許容するように引上軸と開口部に若干の遊びを必要とする。また、引上軸と受皿は開口部において回転と上下の移動という相対的な撓動が行なわれる。引上速度は1時間に数mm程度の撓動であるが、回転速度は1分間に10回転を越えるために、回転に抵抗が生ずるとシール部に歪が加わり、破損するおそれがある。また、この抵抗は引上軸を撓動させるために結晶成長を阻害する原因ともなる。この点からも上記の遊びを必要としている。

本発明は、受皿の環状脚部を外側ベル上部の環状溝内の液体シール剤に浸漬する構造を採用しているので、この構造により上記遊びの機能を代替することができ、その結果、引上軸と受皿開口部との間隙を従来のように大きくする必

要がなく、例えば、100～200μm程度までせばめることができるので、液体シール剤の流下を十分に防止することができる。しかし、この間隙をさらに小さくすると、引上軸が受皿を引上げて気密を破るおそれがある。この現象は引上軸と受皿開口部の間隙の大きさの他に、受皿の重量や引上速度にも依存する。

なお、引上軸と受皿とのシールをより確実にするため、引上軸と十分に狭い間隙を保持する同筒を受皿の開口部下方に付設することもできる。

また、上記の引上軸シール構造の採用により、ベル上方の頸部の内径を結晶より大きくすることができるので、結晶生成に続いて該頸部を介して簡単に結晶を取り出すことができる。

(2)については、メインヒータに近接するシール部が引上軸のシール部と比較して相当高温にさらされるためにシール剤蒸発して成長チャンバ内に流入するという問題があつた。

本発明は、ベルを2重構造となし、内側ベル

下端をるつぼ外周とすり合わせにし、外側ベル下端をるつぼ周囲の環状溝の液体シール剤に浸漬することにより、該環状溝から発生するシール剤蒸気は2つのベルの間隙を上昇しても上方の比較的低温部で凝縮し、該間隙を再び流下するので、成長チャンバ内にシール剤蒸気が流入することはない。また、るつぼ周囲に環状凸部を設けて、外側ベル内壁とすり合わせることで、上記シール剤蒸気がベルの間隙に上昇することを防ぐようにすることもできる。さらに内側ベル上端を外側ベル上端より上に伸ばし、受皿の底に接触させることにより、シール剤蒸気が内側ベル内、即ち、成長チャンバ内に流入することを防止することもできる。この構造は高压容器内と成長チャンバ内の圧力差により外側ベル上方環状溝内の液体シール剤を餌つて押込むときにも、内側ベルの高い上端壁部により成長チャンバ内への流入を防ぐことができる。

本発明はこのように引上軸の内周を回転と引上げを可能とし、成長結晶の取り出しを容易に

し、かつ、シール剤蒸気及び液体シール剤自体の成長チャンバ内への流入を防ぐことができるので、不純物を混入することのない高純度化合物結晶をホットウォール法により確実に製造することができるようになった。

〔実施例〕

第1図の装置を用いてOdt₂結晶を引上げた。るつぼは、表面をSiO₂でコーティングした直径6インチのカーボンるつぼの中に4インチの石英るつぼを収納して用いた。内外のベルは石英製とした。

石英るつぼには約1.2kgのOdt₂原料をチャージし、るつぼ外周の環状溝には200gのB₂O₃を、受皿には20gのB₂O₃を、また、外側ベル頸部の環状溝には30gのB₂O₃をそれぞれチャージした。成長チャンバ内のOdt蒸気圧は1.2atmとし、高压容器内のB₂ガス圧は6atmとした。

結晶の引上条件は、引上軸の回転速度を3rpm、るつぼ軸の回転速度を10rpmとし、引

上速度を 3 mm/hr とした。

筐の概念図である。

引上げた CdTe 単結晶は直径 48 mm で、長さ 6 cm であり、二次イオン質量分析法 (SIMS) で B 濃度を分析したところ、結晶全体に渡って $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ 以下であつた。

比較のために、上記特開昭 54-12358 5 号公報に記載の形式の従来装置を用いて上記と同じ引上条件の下で CdTe 結晶を引上げた。得られた結晶を SIMS で B 濃度を分析したところ、 $6 \times 10^{15} \sim 4 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ であつた。

これらを対比すると、上記実施例の CdTe 結晶は B 濃度を大巾に低減することができたことが分かる。

〔発明の効果〕

本発明は、上記構成を採用することにより原料融液中へのシーラ剤の混入を防止することができ、高純度の化合物結晶を確実に製造することができるようになった。

4 図面の簡単な説明

第 1 図は本発明の一具体例である結晶引上装

代理人	内 田 明
代理人	秋 原 亮 一
代理人	安 西 篤 夫
代理人	平 石 利 子

